

FEDERAL REPUBLIC OF GERMANY

Int.Cl. B 01 f

GERMAN



PATENT OFFICE

EXAMINED PATENT APPLICATION 1 020 034

F 14021 IVc / 12 s

FEBRUARY 24, 19

FILED:
DATE APPLICATION
WAS MADE KNOWN
AND EXAMINED APPLICATION
WAS ISSUED:

NOVEMBER 28, 19

1

Various methods are known for producing suspensions of solids in liquids. Thus, for example, it is possible to take the solids which are to be suspended and grind them dry in special mills, and then to suspend in the liquid in question. Another possibility is to take the solids which are to be suspended and mill them in the presence of liquids. However, in any case it is necessary to use expensive equipment which requires substantial energy to operate. Furthermore, to increase the stability of the suspensions produced in the manner indicated above, it was often common to add surfactants.

It is also known to prepare emulsions, i.e., fine distributions of a liquid in a liquid dispersant, by spraying the dispersant into this liquid.

While producing suspensions according to the state of the art requires equipment which has moving parts and consumes substantial quantities of mechanical energy, since it is operated at very high speeds, the process for producing suspensions according to the invention makes it possible to produce suspensions in an especially simple and economical manner and also has the advantage of having greater operational safety.

It has been found, that it is possible to produce, in a simple manner, the finest suspensions, which are often even superior to those prepared by mechanical measures, by melting the substance to be suspended and spraying it in molten form into a colder liquid in which it is only sparingly soluble or practically insoluble under the reaction conditions.

Surprisingly, in this process the transition of the melt exiting from the nozzle into crystalline particles creates a suspension. It would rather have been expected that the rapid cooling of the melt as it enters the liquid dispersant would cause the particles to agglomerate and form lumps.

A device which can accomplish the invention is schematically shown in the drawing.

A melt of the substance to be suspended is fed through gear pump 1 to nozzle 2. The suspension medium is conveyed by metering pump 3 into spray chamber 4. Spray chamber 4 also has a very large quantity of cooled suspension enter it. The suspension is circulated by centrifugal pump 5 through cooler 6. At the end of the cooler as much ready suspension exits as substance and suspending medium are fed in.

In carrying out the new process, the temperature of the liquid into which the substance to be suspended is sprayed is adapted to a large extent to the properties of this substance. If the

Process for producing
suspensions of solids in liquids

Applicant:
Farbenfabriken Bayer AG,
Leverkusen-Bayerwerk

Dr. Heinz Wollthan, Webster Groves, Missouri (USA),
and Dr. Alois Gemassmer, Köln-Stammheim
have been named as inventors

2

substance to be suspended is practically insoluble in the liquid serving as the suspension medium, then the influence of temperature is slight. In most cases, however, there is some limited solubility, whose absolute value is temperature-dependent. In this case the temperature is kept low enough that the solubility of the substance to be suspended in the liquid in question is only slight. If the liquid or suspension is circulated, then it is advantageous to select the working temperature so that the change in solubility per temperature unit is only slight.

When the hot melt is sprayed into the suspension liquid, the melt constantly feeds into it a considerable quantity of heat, which becomes noticeable as perceptible heat when the suspension forms. At first this heat has to be absorbed by the liquid. On the other hand, since only a slight temperature change should occur in the liquid, a large enough quantity of liquid is passed by the injection organ to keep the temperature rise no greater than 1 to 3° C.

The requirement of passing large quantities of liquid by the injection organ means that at first only very thin suspensions are produced. However, it has also been found that it is possible to reuse the suspension produced during the first pass as a suspension medium for a new portion of the substance to be suspended. This process can be repeated – surprisingly without noticeable enlargement in grain size – until a suspension of usable concentrations is produced.

The quantities of heat fed in by spraying in hot melts must be taken back out of the liquid serving as a suspension medium,

that is the suspension that is produced. To do this, it is possible to use, e.g., indirect tubular coolers, which in this case should be stretched out as much as possible.

If a temperature range is used in which the dissolving capacity of the liquid which serves as a suspension medium for the substance to be suspended in it varies only slightly, and if the liquid is moved quickly, then only a slight coating forms on the cooled surfaces of the cooler or heat exchanger, even over longer time periods. This coating can be melted by warming the cooler. If the operation should not be interrupted for a short time, then it is recommended that two coolers be set up, so that it is possible to switch between them at regular intervals.

The injection organ for the process according to the invention can be atomizer nozzles. Spiral nozzles, such as are common for atomizing liquids merely by liquid pressure, have proven to be good.

These nozzles can have one or several apertures. The size of the outlet opening depends on the desired throughput, the admission pressure, and also on the desired particle size of the suspension to be produced.

When suspensions are produced according to this process, the influence of admission pressure and the diameter of the nozzle opening is smaller than can normally be assumed on the basis of atomization experiments in the gas phase.

In most cases, spiral nozzles with an outlet opening of 1 to 3 mm can be used, with an admission pressure of 2 to 10 atmospheres usually being sufficient. Since a relatively small admission pressure is sufficient, it is unnecessary to use a special high-pressure pump. Instead, a normal gear pump (spinning pump) or a centrifugal pump are used.

The atomization nozzle can be put a certain distance from the liquid surface. In this case, the exiting stream will be directed against the surface of the liquid. However, it is usually more advantageous to allow the nozzle to project into the liquid itself. The danger of the nozzle plugging up is small, even if it is dipped into colder liquids. Here it is generally sufficient to heat the piece of tube on whose end the nozzle sits.

To get a suspension which is as fine and uniform as possible, the liquid into which the nozzle works must be in constant motion. For example, if the spraying is done in batches in a kettle, then it is sufficient to use a normal agitator to produce the necessary motion of the liquid. However, more expedient than spraying into a kettle is to put the nozzle into a piece of tube in which flowing liquid passes by the nozzle.

In order to produce a fine and uniform suspension and to dissipate heat, the quantity of liquid flowing past the nozzle in this tube should be large compared to the quantity of the injected substance.

While up to now dispersants have often been added during the production of suspensions to increase their stability, the process according to the invention makes it possible to work even without adding any dispersant at all. This fact is especially advantageous if the suspensions which are produced are intended to be used for chemical reactions, since the additives used as dispersants could enter into interfering side reactions.

The areas of application of the new process are quite diverse. It can be used to put into suspension practically all inorganic and organic substances, if they can be sprayed into a liquid in molten form.

The selection of possible liquids is very large. In principle all liquids are possible suspension media which do not have any dissolving power worth mentioning under working conditions, or only a limited dissolving power for the substance to be suspended. It is also possible simply to use a real solvent as a suspension medium, if the working temperature is chosen low enough that solubility is now only limited.

The temperature range in which the suspension according to the invention is produced depends only on the thermal properties of the substance which is to be sprayed. The only limits are placed by the stability of the nozzle material.

Mechanical size reduction of the suspension produced according to the invention in Suprator[®] devices or similar size reduction machines normally does not cause any improvement, so this can be omitted.

Quite generally speaking it can be said that the new procedure can be successfully used wherever fine suspensions are desired, e.g., in nitrations, sulfonations, etc. The process according to this invention has proved to be especially good in the production of suspensions of organic bases, such as are used for the reaction with phosgene to produce isocyanates.

This process has the advantage of great operational safety, since accomplishing it does not require any high-speed machines, such as are necessary for the common methods (e.g., Suprator[®] devices).

Example 1

140 kg *o*-dichlorobenzene are placed in mixing vat and vigorously agitated while being cooled with brine, until the temperature of the suspension medium has fallen to 0° C. 50 kg of an 80° C melt of technical toluylenediamine are sprayed under the surface of the liquid through a heated nozzle having a 0.7 mm aperture by means of a Bosch pump over a period of 53 seconds. The result is an extremely fine suspension (temperature about 15° C), which is easily mobile. The toluylenediamine creams up out of this suspension within a few hours, however it can also be rehomogenized after standing for days by slight agitation.

Example 2

Every hour 120 L of an 80° C melt of technical toluylenediamine are continuously sprayed, by means of a gear pump, through a Lechler nozzle having a 2 mm aperture into a cooled suspension of toluylenediamine in *o*-dichlorobenzene. The nozzle projects into the circulation of the cooled suspension, into which a second gear pump feeds, every hour, 455 kg of *o*-dichlorobenzene having a temperature of 0° C. A centrifugal pump having a capacity of about 10 m³/h circulates the suspension 16 to 20 times per hour through 40 m-long Liebig

5

cooler which is cooled with cooling brine. The cyclic process discharges 575 kg of toluylenediamine suspension every hour. The suspension is extremely finely distributed and has low viscosity.

Example 3

A hard paraffin having a melting point of from 52 to 54° C is melted and the melt is heated to about 80° C. A gear pump is used to press, every hour, 300 to 350 L of molten paraffin with a pressure of from 4 to 5 atmospheres through a spiral nozzle having a 3 mm aperture into a circulating paraffin-water suspension having a temperature of 5° C. The aperture of the nozzle projects into the suspension medium. The suspension is circulated through a centrifugal pump and a cooler and thus kept at 5° C. The product is a very fine paraffin suspension with a particle size of from 10 to 15 µm which can be used for impregnations, for example.

In the same way, it is also possible to spray in molten naphthalene whose temperature is about 100° C, instead of paraffin. The product is a naphthalene suspension which can advantageously be used for bromination of naphthalene by the action of elemental bromine.

CLAIMS:

6

1. Process for producing suspensions, characterized by the fact that the substance to be suspended is sprayed in molten form into a colder liquid in which it is only slightly soluble or practically insoluble under working conditions.

2. Process according to Claim 1, characterized by the fact that it is accomplished under temperature conditions at which the solubility of the substance to be suspended in the liquid serving as the suspension medium depends to only a slight extent on temperature.

3. Process according to Claims 1 and 2, characterized by the fact that suspension media or already prepared suspensions are fed into a cyclic process into which melts of the substance to be suspended are continuously sprayed.

4. Process according to Claims 1 through 3, characterized by the fact that the liquid serving as a suspension medium is present in at least a 10-fold excess, calculated by volume, relative to the substance to be suspended.

References cited:

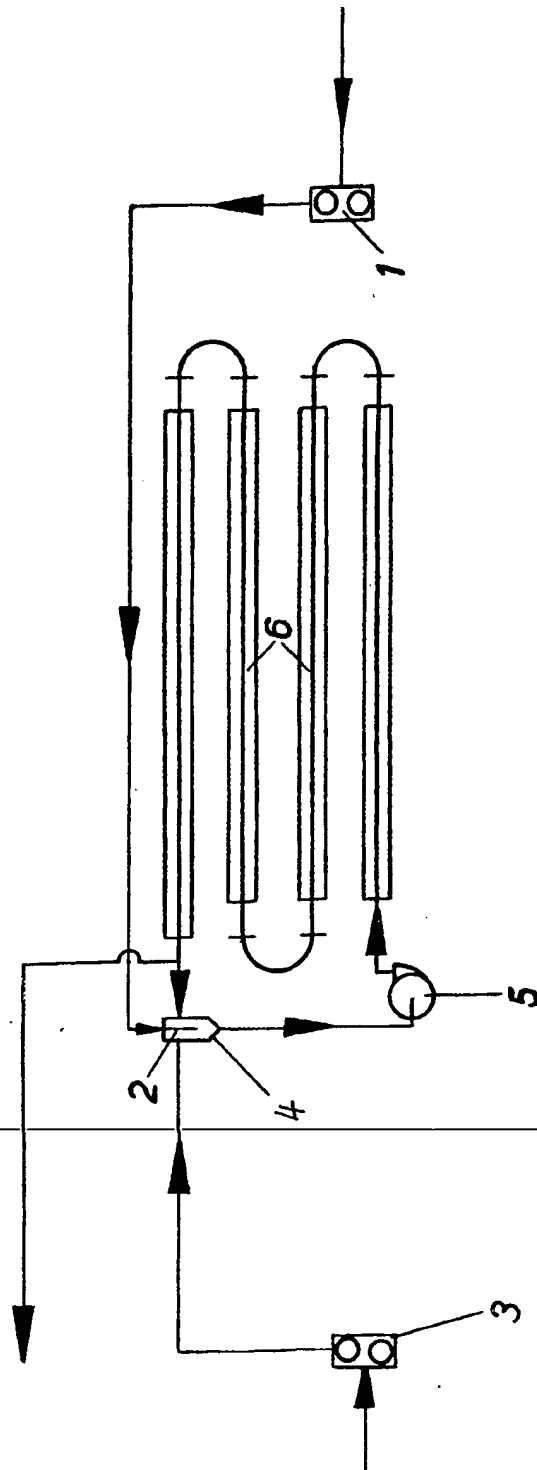
German patent specifications nos. 337 429, 614 701, 913 218;

Swiss patent specification no. 265 517;

British patent specification no. 257 274;

Lange, *Technik der Emulsionen* [emulsion technique] (1929), pp. 71-73.

1 page of drawings follows



DEUTSCHES  PATENTAMT

AUSLEGESCHRIFT 1 020 034

F 14021 IVc/12s

ANMELDETAG: 24. FEBRUAR 1954

BEKANNTMACHUNG
DER ANMELDUNG
UND AUSGABE DER
AUSLEGESCHRIFT:

28. NOVEMBER 1957

1

Für die Herstellung von Suspensionen fester Stoffe in Flüssigkeiten sind verschiedene Methoden bekannt. So kann man die zu suspendierenden Stoffe z. B. trocken in besonderen Mühlen vermahlen und dann in der betreffenden Flüssigkeit aufschlämmen. Eine andere Möglichkeit besteht darin, die zu suspendierenden Stoffe in Gegenwart von Flüssigkeiten zu vermahlen. In jedem Fall ist jedoch der Einsatz teurer Apparate erforderlich, die mit einem erheblichen Energieaufwand betrieben werden müssen. Zur Erhöhung der Stabilität der auf die oben angedeutete Weise hergestellten Suspensionen war es weiterhin vielfach üblich, grenzflächenaktive Stoffe zuzusetzen.

Es ist ferner bekannt, Emulsionen, d. h. feine Verteilungen einer Flüssigkeit in einem flüssigen Dispersionsmittel dadurch herzustellen, daß man diese Flüssigkeit in das Dispersionsmittel eindüst.

Während zur Herstellung von Suspensionen nach dem bisherigen Stand der Technik Einrichtungen mit bewegten Teilen benötigt werden, die erhebliche Mengen an mechanischer Energie verzehren, da sie mit sehr hohen Drehzahlen betrieben werden, ermöglicht das erfindungsgemäße Verfahren die Herstellung von Suspensionen auf eine besonders einfache und wirtschaftliche Weise, die zudem den Vorteil einer größeren Betriebssicherheit besitzt.

Es wurde nämlich gefunden, daß man auf einfache Weise feinste Suspensionen herstellen kann, die den durch mechanische Maßnahmen bereiteten Suspensionen oft noch überlegen sind, wenn man den zu suspendierenden Stoff in geschmolzener Form in eine kältere Flüssigkeit einspritzt, in der er unter den Arbeitsbedingungen nur wenig löslich oder praktisch unlöslich ist.

Überraschend ist, daß der bei vorliegendem Verfahren erfolgende Übergang der aus der Düse austretenden Schmelze in kristalline Partikel zu einer Suspension führt. Es hätte vielmehr erwartet werden müssen, daß infolge der raschen Abkühlung der Schmelze bei ihrem Eintritt in das flüssige Dispersionsmittel die Partikel sich zusammenballen und Klumpen bilden.

Eine Vorrichtung, die zur Ausführung der Erfindung dienen kann, ist in der Zeichnung schematisch dargestellt.

Eine Schmelze der zu suspendierenden Substanz wird über die Zahnradpumpe 1 der Düse 2 zugeführt. Das Suspensionsmedium wird durch die Dosierpumpe 3 in die Verdüsungskammer 4 befördert. In die Verdüsungskammer 4 tritt auch eine sehr große Menge gekühlter Suspension ein. Die Umwälzung der Suspension erfolgt durch die Kreispumpe 5 über den Kühler 6. Am Ende des Kühlers tritt laufend so viel fertige Suspension aus, wie Substanz und Suspensionsmittel zugeführt werden.

Bei der Ausführung des neuen Verfahrens paßt man die Temperatur der Flüssigkeit, in die man die zu suspendierende Substanz hineinspritzt, weitgehend den Eigenschaften dieser Substanz an. Besitzt die zu suspendierende

Verfahren zur Herstellung von
Suspensionen fester Stoffe in Flüssigkeiten

Anmelder:

Farbenfabriken Bayer Aktiengesellschaft,
Leverkusen-Bayerwerk

Dr. Heinz Wollthan, Webster Groves, Mo. (V. St. A.),
und Dr. Alois Gemassmer, Köln-Stammheim,
sind als Erfinder genannt worden

2

Substanz praktisch keine Löslichkeit in der als Suspensionsmittel dienenden Flüssigkeit, so ist der Einfluß der Temperatur gering. In den meisten Fällen wird jedoch eine begrenzte Löslichkeit vorliegen, deren absolute Höhe von der Temperatur abhängig ist. Hier wird man die Temperatur so tief halten, daß die Löslichkeit der zu suspendierenden Substanz in der betreffenden Flüssigkeit nur gering ist. Arbeitet man unter Kreislaufführung der Flüssigkeit bzw. Suspension, so wird man die Arbeitstemperatur vorteilhaft so wählen, daß die Änderung der Löslichkeit je Temperatureinheit nur mehr gering ist.

Beim Eindüsen heißer Schmelzen in die zu suspendierende Flüssigkeit wird dieser laufend eine erhebliche Wärmemenge zugeführt, die sich bei der Ausbildung der Suspension als fühlbare Wärme bemerkbar macht. Diese Wärme muß zunächst von der Flüssigkeit aufgenommen werden. Da andererseits nur eine geringe Temperaturveränderung der Flüssigkeit eintreten soll, wird man an dem Einspritzorgan eine so große Flüssigkeitsmenge vorbeiführen, daß die Temperatursteigerung nicht größer als 1 bis 3°C ist.

Die Forderung, an dem Einspritzorgan große Flüssigkeitsmengen vorbeizuführen, bringt es mit sich, daß zunächst nur sehr dünne Suspensionen entstehen. Wie jedoch weiterhin gefunden wurde, kann man die beim ersten Durchgang entstandene Suspension wiederum als Suspensionsmittel für eine neue Portion der zu suspendierenden Substanz verwenden. Dieser Vorgang läßt sich — überraschenderweise ohne merkliche Kornvergrößerung — so oft wiederholen, bis eine Suspension brauchbarer Konzentrationen entstanden ist.

Die durch das Einspritzen heißer Schmelzen zugeführten Wärmemengen müssen der als Suspensionsmittel dienenden Flüssigkeit bzw. der erhaltenen Suspension

wieder entzogen werden. Zu diesem Zweck können z. B. indirekte Röhrenkühler, die in diesem Fall möglichst langgestreckt sein sollen, verwendet werden.

Arbeitet man in einem Temperaturbereich, in dem sich das Lösungsvermögen der als Suspensionsmittel dienenden Flüssigkeit für die zu suspendierende Substanz nur geringfügig ändert und sorgt man für eine lebhafte Bewegung der Flüssigkeit, so bildet sich auch in längeren Zeiträumen nur ein geringer Belag an den gekühlten Flächen des Kühlers bzw. Wärmeaustauschers aus. Dieser Belag läßt sich durch Anwärmen des Kühlers aufschmelzen. Wenn der Betrieb kurzzeitig nicht unterbrochen werden soll, so empfiehlt sich die Erstellung von zwei Kühlern, die dann in regelmäßigen Zeitabständen umgeschaltet werden.

Als Einspritzorgan kann man für das erfindungsgemäße Verfahren Zerstäubungsdüsen wählen. Als solche haben sich Spiraldüsen gut bewährt, wie sie für die Zerstäubung von Flüssigkeiten durch bloßen Flüssigkeitsdruck üblich sind.

Diese Düsen können eine oder mehrere Austrittsöffnungen besitzen. Die Größe der Austrittsöffnungen hängt von dem gewünschten Durchsatz, dem Vordruck und auch von der gewünschten Teilchengröße der herzustellenden Suspension ab.

Im Fall der Herstellung von Suspensionen nach den vorliegenden Verfahren ist der Einfluß von Vordruck und Durchmesser der Düsenöffnung geringer, als normalerweise auf Grund von Zerstäubungsversuchen in der Gasphase angenommen werden kann.

In den meisten Fällen wird man Spiraldüsen mit einer Austrittsöffnung von 1 bis 3 mm verwenden können, wobei gewöhnlich ein Vordruck von 2 bis 10 Atm. ausreicht. Da man mit einem verhältnismäßig geringen Vordruck auskommt, erübrigt sich die Verwendung einer speziellen Hochdruckpumpe. Vielmehr kann eine normale Zahnpumpe (Spinnpumpe) oder eine Kreiselpumpe Verwendung finden.

Die Zerstäubungsdüse kann in einem gewissen Abstand von der Flüssigkeitsoberfläche angebracht werden. In diesem Fall wird man den austretenden Strahl gegen die Oberfläche der Flüssigkeit richten. Meist ist es jedoch vorteilhafter, die Düse in die Flüssigkeit selbst hineinzuragen zu lassen. Die Gefahr, daß sich die Düse verstopft, ist auch beim Eintauchen in kältere Flüssigkeiten gering. Hier genügt es im allgemeinen, das Rohrstück, an dessen Ende die Düse sitzt, zu beheizen.

Um eine möglichst feine und gleichmäßige Suspension zu erhalten, muß sich die Flüssigkeit, in die die Düse hinein arbeitet, in dauernder Bewegung befinden. Verdüst man z. B. chargenweise in einen Kessel, so genügt die Betätigung eines normalen Rührwerkes, um die erforderliche Flüssigkeitsbewegung zu erzeugen. Zweckmäßiger als in einen Kessel hinein zu verdüsen ist es jedoch, die Düse in ein Rohrstück einzubauen, in welchem laufend Flüssigkeit an der Düse vorbeigeführt wird.

Im Interesse der Erzeugung einer feinen und gleichmäßigen Suspension sowie aus Gründen der Wärmeabführung soll die Menge der in diesem Rohrstück an der Düse vorbeifließenden Flüssigkeit im Vergleich zur eingedüsteten Substanzmenge groß sein.

Während man bisher bei der Herstellung von Suspensionen vielfach Dispergiermittel zusetzte, um ihre Stabilität zu erhöhen, kann man bei dem erfindungsgemäßen Verfahren auch ganz ohne den Zusatz eines Dispergiermittels arbeiten. Diese Tatsache ist besonders dann von Vorteil, wenn die erzeugte Suspension für chemische Umsetzungen benutzt werden soll, da die als Dispergiermittel verwendeten Zusätze störende Nebenreaktionen eingehen können.

Die Anwendungsgebiete des neuen Verfahrens sind sehr vielseitig. Mit seiner Hilfe lassen sich praktisch alle anorganischen und organischen Stoffe in Suspensionen überführen, sofern sie sich in geschmolzener Form in eine Flüssigkeit spritzen lassen.

Die Auswahl der möglichen Flüssigkeiten ist sehr groß. Grundsätzlich sind alle Flüssigkeiten als Suspensionsmedium möglich, die unter den Arbeitsbedingungen kein nennenswertes oder nur ein beschränktes Lösungsvermögen für den zu suspendierenden Stoff haben. Man kann ohne weiteres auch ein ausgesprochenes Lösungsmittel als Suspensionsmedium verwenden, sofern die Arbeitstemperatur so tief gewählt wird, daß nurmehr eine begrenzte Löslichkeit vorliegt.

Der Temperaturbereich, in dem die Suspension gemäß der Erfindung hergestellt wird, hängt lediglich von den thermischen Eigenschaften des zu verdüsenden Stoffes ab. Grenzen sind nur durch die Beständigkeit des Materials der Düsen gesetzt.

Eine mechanische Nachzerkleinerung der erfindungsgemäß hergestellten Suspension in Supratongeräten oder ähnlichen Zerkleinerungsmaschinen bringt normalerweise keine Verbesserung und kann daher unterbleiben.

Ganz allgemein kann gesagt werden, daß sich die neue Arbeitsweise überall dort mit Erfolg verwenden läßt, wo feine Suspensionen erwünscht sind, z. B. bei Nitrierungen, Sulfierungen usw. Besonders gut hat sich das Verfahren gemäß vorliegender Erfindung bei der Herstellung von Suspensionen organischer Basen, wie sie zur Umsetzung mit Phosgen bei der Erzeugung von Isocyanaten angewandt werden, bewährt.

Das vorliegende Verfahren besitzt den Vorteil einer großen Betriebssicherheit, da zu seiner Ausführung keine schnell laufenden Maschinen, wie bei den üblichen Methoden der Suspensionsherstellung (z. B. mit Supratongeräten), erforderlich sind.

Beispiel 1

In einen Rührkessel werden 140 kg o-Dichlorbenzol vorgelegt und unter Kühlung mit Sole kräftig gerührt, bis die Temperatur des Suspensionsmittels auf 0°C gesunken ist. 50 kg einer auf 80°C befindlichen Schmelze von technischem Toluyldiamin werden mittels einer Bospumpe in 53 Sekunden durch eine beheizte Düse von 0,7 mm Austrittsöffnung unter dem Flüssigkeitsspiegel verdüst. Es resultiert eine äußerst feine Suspension (Temperatur etwa 15°C), die leicht beweglich ist. Aus dieser Suspension rahmt das Toluyldiamin innerhalb einiger Stunden auf, läßt sich jedoch auch nach tagelangem Stehen durch leichtes Rühren wieder homogenisieren.

Beispiel 2

120 l einer auf 80°C gehaltenen Schmelze von technischem Toluyldiamin werden stündlich durch eine Lechlerdüse von 2 mm Austrittsöffnung kontinuierlich mittels einer Zahnpumpe in eine gekühlte Suspension des Toluyldiamins in o-Dichlorbenzol eingedüst. Die Düse ragt in den Kreislauf der gekühlten Suspension hinein, welcher stündlich durch eine zweite Zahnpumpe 455 kg o-Dichlorbenzol mit einer Temperatur von 0°C zugespeist werden. Eine Kreiselpumpe mit einer Leistung von etwa 10 m³/h wälzt die Suspension 16 bis 20mal pro Stunde durch einen 40 m langen Liebigkühler um, der mit Kühlsole gekühlt wird. Aus dem Kreislauf laufen stündlich 575 kg Toluyldiaminsuspension ab. Die Suspension ist äußerst fein verteilt und dünnflüssig.

Beispiel 3

Ein Hartparaffin vom Schmelzpunkt 52 bis 54°C wird geschmolzen und die Schmelze auf etwa 80°C erhitzt. Mit Hilfe einer Zahnradpumpe werden stündlich 300 bis 350 l des geschmolzenen Paraffins mit einem Druck von 4 bis 5 Atm. durch eine Spiraldüse von 3 mm Austrittsöffnung in eine im Kreislauf umlaufende Paraffin-Wasser-Suspension von 5°C hineingedrückt. Die Austrittsöffnung der Düse ragt in das Suspensionsmittel hinein. Die Suspension wird über eine Kreispumpe und einen Kühler umgewälzt und dabei auf 5°C gehalten. Man erhält eine sehr feine Paraffinsuspension mit einer Teilchengröße von 10 bis 15 μ , welche beispielsweise für Imprägnierungen verwendet werden kann.

In der gleichen Weise kann man an Stelle von Paraffin auch geschmolzenes Naphthalin, dessen Temperatur etwa 100°C beträgt, eindüsen. Man erhält eine Naphthalinsuspension, welche mit Vorteil zur Bromierung von Naphthalin durch Einwirkung von elementarem Brom Verwendung finden kann.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Herstellung von Suspensionen, dadurch gekennzeichnet, daß man den zu suspendierenden Stoff in geschmolzener Form in eine kältere

Flüssigkeit einspritzt, in der er unter den Arbeitsbedingungen nur wenig löslich oder praktisch unlöslich ist.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß unter solchen Temperaturbedingungen gearbeitet wird, bei denen die Temperaturabhängigkeit der Löslichkeit des zu suspendierenden Stoffes in der als Suspensionsmittel dienenden Flüssigkeit nur gering ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß Suspensionsmittel bzw. bereits fertige Suspensionen in einem Kreislauf geführt werden, in den laufend Schmelze der zu suspendierenden Substanz eingedüst wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß sich die als Suspensionsmittel dienende Flüssigkeit zu der zu suspendierenden Substanz in einem mindestens 10fachen Überschuß, gerechnet auf Volumina, befindet.

In Betracht gezogene Druckschriften:

Deutsche Patentschriften Nr. 337 429, 614 701, 913 218;

schweizerische Patentschrift Nr. 265 517;

britische Patentschrift Nr. 257 274;

Lange, Technik der Emulsionen (1929), S. 71 bis 73.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

